This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

The Patent Office

INVESTOR IN PEOPLE

Application No:	GB 0305222.2	**Examiner:**	Michael R. Wendt
Claims searched:	1 - 4, 7 - 12 (when subsidiary to Claim 1)	**Date of search:**	16 July 2003

Patents Act 1977 : Search Report under Section 17

INCORRECT !

Documents considered to be relevant:

Category	Relevant to claims	Identity of document and passage or figure of particular relevance
A		US 5900067 FRANSSEN(~~C K JONES~~) * *mentioned in the application** e.g. see Claim 1; Abstract.
A		WPI Accession No. 1994 - 086319 & JP 060034621 A (TOYOTA) See Abstract.

Categories:

X	Document indicating lack of novelty or inventive step	A	Document indicating technological background and/or state of the art.
Y	Document indicating lack of inventive step if combined with one or more other documents of same category.	P	Document published on or after the declared priority date but before the filing date of this invention.
&	Member of the same patent family	E	Patent document published on or after, but with priority date earlier than, the filing date of this application.

Field of Search:

Search of GB, EP, WO & US patent documents classified in the following areas of the UKC[V]:

G1B

Worldwide search of patent documents classified in the following areas of the IPC[7]:

A61K; B08B; C09K; C11D; G01N:

The following online and other databases have been used in the preparation of this search report:

EPODOC, WPI, Japio

PATENTS • DESIGNS • COPYRIGHT • TRADE MARKS
The Patent Office
© EPODOC / EPO
INVESTOR IN PEOPLE

PN - JP6034621 A 19940210

PD - 1994-02-10

PR - JP19920210836 19920715

OPD - 1992-07-15

TI - EVALUATION OF WASHING

IN - ASAI YOSHIHIRO

PA - TOYOTA MOTOR CORP

IC - G01N31/22 ; G01N21/80

© WPI / DERWENT

TI - Method for estimation of degree washing - by determining how much detergent remains using an alcohol soln. with pH indicator

PR - JP19920210836 19920715

PN - JP6034621 A 19940210 DW199411 G01N31/22 004pp

PA - (TOYT) TOYOTA JIDOSHA KK

IC - G01N21/80 ;G01N31/22

AB - J06034621 Estimation of the degree washing comprises applying an examination liq. formed by mixing0.1 wt.% alcohol soln. of a pH indicator and water in a vol. ratio of 1:1-3 onto material washed with a detergent. The degree of residual detergent on the material is estimated by the colour of the examination liq. which discolours in contact with a prescribed amt. of remaining detergent.

- Pref. alcohol used as the solvent for pH indicator is e.g., methanol, ethanol, n-propanol, pref. ethanol. pH Indicator is e.g., bromophenol blue, methyl orange or methyl red, which discolours at pH 4-9.
- USE/ADVANTAGE - Used to estimate degree of washing, esp. for the estimation of residual detergent on a material to be coated with e.g. resin. The examination can be simply and rapidly carried out, without use of special devices.
- In an example, the residual detergent on the side face of a piston to be coated with a resin was examined by using an examination liq. consisting of bromothymol blue 0.09-0.11g, ethanol 100-120ml and water 200-250ml.(Dwg.0/2)

OPD - 1992-07-15

AN - 1994-086319 [11]

© PAJ / JPO

PN - JP6034621 A 19940210

PD - 1994-02-10

none
PATENTS • DESIGNS • COPYRIGHT • TRADE MARKS
The Patent Office
none
INVESTOR IN PEOPLE

AP - JP19920210836 19920715

IN - ASAI YOSHIHIRO

PA - TOYOTA MOTOR CORP

TI - EVALUATION OF WASHING

AB - PURPOSE:To rapidly evaluate whether washing agent remains or not at a specific part of a washed treating object (for example, a surface to which a resin is applied).

- CONSTITUTION:An inspection agent prepared by mixing alcohol solvent of 0.1 weight % of pH indicator with water at1:1-3 in volume ratio is applied an a treating object having been washed in a washing agent, and the remaining level of the washing agent on the treating object is decided by color change of the inspection agent, it changes its color when the washing agent remains in mare than a specified quantity on the applied surface. It is preferable that a pad 5 whose surface has numerous cells 1, 1..., and its rear surface is bonded with a white lining film2, and further, the sol particles of water soluble polymer are put in the respective cells 1, 1... be prepared. And the inspection agent containing bromothymol blue is made to penetrate into it to produce an inspection pad. This is pressed against the treating object, and color changes on the surface of the pad is observed.

I - G01N31/22 ;G01N21/80

none none none
An Executive Agency of the Department of Trade and Industry

(19)日本国特許庁（ＪＰ）　(12) 公開特許公報（A）　(11)特許出願公開番号

特開平6－34621

(43)公開日　平成6年(1994) 2月10日

(51)Int.Cl.[5]	識別記号	庁内整理番号	ＦＩ	技術表示箇所
Ｇ０１Ｎ　31/22	１２２	7906－2Ｊ		
21/80		7906－2Ｊ		

審査請求　未請求　請求項の数１(全　４　頁)

(21)出願番号　特願平4－210836

(22)出願日　平成４年(1992) ７月15日

(71)出願人　000003207
トヨタ自動車株式会社
愛知県豊田市トヨタ町１番地

(72)発明者　浅井　義浩
愛知県豊田市トヨタ町１番地　トヨタ自動車株式会社内

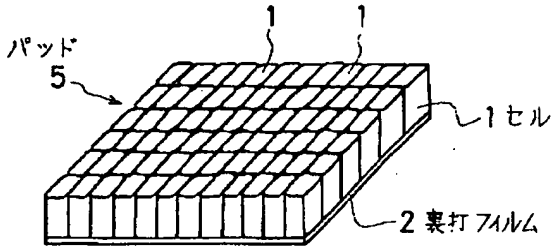
(74)代理人　弁理士　萼　経夫　(外２名)

(54)【発明の名称】　洗浄評価方法

(57)【要約】

【目的】　洗浄された被処理物の特定部位（例えば樹脂コーティングが施される面）に洗浄剤が残留しているか否かを迅速に評価できる方法を提供する。

【構成】　ｐＨ指示薬の 0.1重量％アルコール溶液と水とを１：１～３の体積比で混合してなる検査液を、洗浄剤で洗浄された被処理物に塗布し、その塗布面に洗浄剤が所定量以上に残留していた場合に変色する上記検査液の色で、被処理物への洗浄剤の残留度を評価する。好ましくは、表面に多数のセル１，１…を有し、裏面に白色の裏打フィルム２が接着され、各セル１，１…の内部には水溶性ポリマー製のゾル粒子を入れた構造のパッド５に、ブロモチモールブルーを含む検査液を浸透させて検査用パッドを作り、それを被処理物に押し当て、パッド表面の変色の有無を観察する。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】　pH指示薬の 0.1重量%アルコール溶液と水とを1：1～3の体積比で混合してなる検査液を、洗浄剤で洗浄された被処理物に塗布し、その塗布面に洗浄剤が所定量以上に残留していた場合に変色する上記検査液の色で、被処理物への洗浄剤の残留度を評価することを特徴とする洗浄評価方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は洗浄評価方法、特には被処理物の被コート面、例えば樹脂コーティングされる面にどの程度洗浄剤が残留しているかを評価する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】摺動面に樹脂コーティングを施したいわゆる樹脂コートピストンを製造する場合、樹脂コーティングに先立ってピストンは通常アルカリ洗浄剤で洗浄される。樹脂コーティングを施すのに充分な程度にピストンの被コート面が清浄化されたか否かの評価（洗浄評価）は、水あるいは四塩化炭素溶液等で被処理物に付着していると思われる洗浄液や油分等の残留物を抽出した後、その抽出液の濃縮液についてpH測定やIR分析を行い、残留物の種類及び量を求めることにより行われている。

【0003】このような洗浄評価方法は、洗浄液のpH、温度、伝導度等の条件の管理のみを目的として量産ラインの洗浄工程で採用される評価方法である。そして上記の水、四塩化炭素溶液等での抽出液を利用した該評価方法では、被処理物の全体に付着している残留物の量を測定しているため、その評価は被コート面以外の面も含めた評価となる。従って、洗浄したピストンに部分的に樹脂コーティングを施して樹脂コートピストンを量産する製造ラインにおいては、ピストンの少なくとも被コート面に残留物が付着しているか否かの判断はできない。なお、特開昭48－89784号に開示されている残留洗浄液を確認するための光線検知装置は、ガラス壜のように透明でない金属ピストンには使用できない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】残留物の付着している箇所を特定できない上記従来の評価方法では、洗浄された被処理物が被コート面に付着物を有さず耐剥離性の高い樹脂コート膜を設ける上で好適なものであっても、場合により不合格になるという問題がある。また、樹脂コートピストン等のように、樹脂コート膜がその製品の機能を果たす上で重要なものである場合、どの部分で樹脂コート膜の剥離が起こり易いかを把握する必要があるが、その耐剥離性に悪影響を与える上記残留物が被コート面のどの部分に付着しているか分からないため、不良品の発生を低減させる対策が講じにくいという問題もある。

2

【0005】更に、上記従来の評価方法では、評価を終えるまでに非常に時間を費やし、量産ラインで検査したとき、判定が出るまでに被処理物の多量のストックをかかえる。そのため、洗浄評価で不合格判定となった場合、その多量のストックに再度洗浄を施す必要がある。

【0006】本発明は上記問題を解決する目的でなされたものであり、その解決しようとする課題は、洗浄剤で洗浄された被処理物の特定部位に洗浄剤が残留しているか否かを評価でき、しかも迅速に評価結果が判り且つ量産ラインで実施できる洗浄評価方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するための本発明の洗浄評価方法は、pH指示薬の 0.1重量%アルコール溶液と水とを1：1～3の体積比で混合してなる検査液を、洗浄剤で洗浄された被処理物に塗布し、その塗布面に洗浄剤が所定量以上に残留していた場合に変色する上記検査液の色で、被処理物への洗浄剤の残留度を評価することを特徴とする。

【0008】pH指示薬は、これを含む上記検査薬が被処理物に或る程度以上残留している洗浄剤を溶解した時にpHの変化で変色するように選択される。残留する洗浄剤の主成分（カチオン性～アニオン性界面活性剤）によって、pH指示薬はpH4～9内の特定値で変色するもの、例えばブロモフェノールブルー、メチルオレンジ、メチルレッド、アゾリトミン、ブロモチモールブルー、フェノールレッド、フニノールフタレイン、チモールフタレイン等から選択されてよい。特に、洗浄剤が金属工業で一般的に使用されているアルカリ性のものである場合は、pH指示薬としてブロモチモールブルーを用いるのが好ましい。

【0009】アルコールとしては例えばメタノール、エタノール、n－プロパノール、イソプロパノール、エチレングリコール、グリセロール又はこれらの混合物等が挙げられるが、低毒性で安価なエタノールが好ましい。水は蒸留水やイオン交換水等のいわゆる純水を用いるのがよい。pH指示薬の 0.1重量%アルコール溶液と水とを1：1～3の体積比で混合してなる検査液は、適正なpH指示薬を用いれば一般的に、該指示薬の 0.1重量%アルコール溶液と水とを約1：2の体積比で混合して調製されているのが好ましい。

【0010】検査液の被処理物への塗布は、評価を必要とする面にだけ行えばよく、塗布方法として吹き付けやハケ塗りを選択すれば、簡便な操作で塗布できる。変色を観察する本発明のこうした評価方法は、被処理物の特定部位への洗浄液の残留度を調べられるという点で従来方法に比べ格段に進歩した方法であるが、吹き付けやハケ塗りで検査液を塗布すると、塗布した検査液が流動することによって、被処理物表面に残留している洗浄液の分布をきめ細かく評価できないきらいがある。本発明

は、その方法を改善した特に好ましい洗浄評価方法をも見い出して完成されたものである。

【００１１】本発明の特に好ましい洗浄評価方法は、ｐＨ指示薬の 0.1重量％アルコール溶液と水とを１：１～３の体積比で混合してなる検査液をマット状の吸水性基材に吸収させ、そうして得られた検査マットを被処理物に接触させることにより検査液を洗浄後の被処理物に塗布し、その塗布面に洗浄剤が所定量以上に残留していた場合に変色する上記検査マットの表面の色で、被処理物への洗浄剤の残留度を評価することを特徴とする。

【００１２】上記の吸水性基材としては、検査液をある程度拘束した状態で保持し得るもの例えばガーゼ、フェルト、プラスチックフォームその他の柔軟性多孔質材料、吸水性ポリマー層を設けた可撓性シート、必要に応じて水透過性フィルム貼付したセル構造体などが挙げられる。検査液をマット状の吸水性基材に吸収させた検査マットを用いる場合、被処理物に移った検査液の色でも、検査マットの表面の色でも評価できるが、変色を判別し易い側で評価するのが良い。吸水性基材自体の色は、指示薬の変色を判別するのが容易な白色系であるのが好ましい。

【００１３】

【作用】上記構成の検査液を被処理物に塗布すると、その塗布した面に洗浄剤が残留している場合、該洗浄剤は乾燥していても検査液に溶解され、検査液のｐＨを変える。このｐＨの変化で指示薬の色が（従って検査薬の色が）変わる。このことから、塗布前と塗布後の検査薬の色の比較において、色の無変化は洗浄剤が実質的に残留していないことを示し、変色は洗浄剤が無視し得ないほど残留していることを示す。検査液の被処理物への塗布は局部的に行えるため、検査液の塗布による評価方法は、被処理物の特定部位に洗浄剤が残留しているか否かの評価を可能にする。

【００１４】被処理物への検査薬の塗布が、本発明の好ましい方法に従って、検査液をマット状の吸水性基材に吸収させて得られた検査マットを被処理物に接触させることにより行われる場合、吸水性基材は検査薬の流動性を低下させ、例えば検査液の変色部分と無変色部分が速やかに混じり合うのを抑制する。従って、検査液をマット状の吸水性基材に吸収させた検査マットを被処理物に接触させることにより評価を行うことは、洗浄液の分布状態の評価をも可能にする。

【００１５】ｐＨ指示薬の 0.1重量％アルコール溶液と水とを１：１～３の体積比で混合してなる検査液は、残留している洗浄剤を正確かつ明瞭に検出する。検査液の組成が上記範囲を外れた場合、例えば指示薬の量が多くなり過ぎる（水の割合が少い）ほど、指示薬が完全に溶解しなくなり、検査液中に析出分散した指示薬が検知に悪影響を与える。逆に指示薬の量が少なくなり過ぎる（水の割合が多くなる）ほど、指示色が薄くなったり、

評価部位が充分なイオン状態（正確なｐＨ）にされなくなる。

【００１６】

【実施例】

実施例１

本実施例では、樹脂コーティングを施すピストン（ワーク）の摺動面に洗浄剤が残留しているか否かを評価する。まず、ブロモチモールブルー０．０９～０．１１ｇ、エタノール１００～１２０ｍｌ及び水２００～２５０ｍｌを混合して検査液を調製する。この検査液は澄明な青色である。次に、この検査液を特殊な構造をした樹脂製パッドに浸透させる。このパッド５は図１に示すように表側（検査面）に細胞のように配列した多数のセル１，１…を有しており、裏側に白色の裏打フィルム２が接着されている。各セル１，１…の内部にはゾル粒子が入れてある。

【００１７】セル壁４は、ゾル３を構成する液体（分散媒）を徐々に透過させる非溶解性の疎水性高分子（メチルメタクリレート系ポリマー等）でできた柔らかい透明の膜であり、ゾル粒子は白色の高分子吸水性ポリマー（イソブチレン系、マレイン酸系等のポリマー）でできている。上記のように検査液をパッド５に浸透させたときに、図２に示すように検査液はセル１内に入り、上記ゾル粒子と混合して青色のゾル３を構成する。なお、セル壁４の高さはゾル３よりも数ミクロンないし数十ミクロン長くなっている。

【００１８】評価は、この検査液を浸透させた検査用パッド５をピストンの被コート面に密着させ、ｐＨ指示薬を含む検査液の変色が起こるか否かを調べることにより行う。パッド５をピストンの被コート面に密着させるとき、最初に被コート面に密着するセル壁４は、次に密着する各セルのゾル３の分散媒（検査液）が隣接する他のセルへ移動するのを妨げる。もし、被コート面に洗浄液が乾燥した状態で残留していれば、それは上記ゾル３の分散媒と混じり合ってイオン化され、該液はアルカリ状態になる。そのアルカリ度は残留物（残留した液体に含まれる洗浄液の濃度）に依存し、残留物の量がコートの耐剥離性に影響を及ぼすかどうかは、検査液の変色により判別できる。本実施例で使用される検査液はブロモチモールブルー指示薬を配合したものであり、上記セル壁４で流動が実質的に起こらないように保持されているため、青色を示していた検査液の黄色に変色した部分が、洗浄剤の残留している箇所に相当する。

【００１９】実施例２

実施例１で調製した検査液にポリビニルアルコールを加えて溶解させ、高粘度溶液を作る。それを薄い白色シートに塗布し、指示薬を含む高粘度溶液が上記シートに粘着した検査用シートを製造する。この検査用シートを、上記高粘度溶液がピストンの摺動面に接触するように、洗浄されたピストンに数秒間押し当てた後、ピストンに

5

接触させた面が青色から黄色に変色しているかどうかを観察する。部分的な変色が見られても、変色する指示薬が流動性の低い高粘度溶液となっているため、変色はすぐには広がらない。

【0020】実施例3

実施例1で調製した検査液に増粘剤（SiO_2）を加えて撹拌し、得られたゾルをガーゼに含浸させる。こうして製造された検査用ガーゼは、指示薬を含むゾルをほぼ拘束した状態で保持しており、洗浄剤の残留の有無をチェックするのに使用される。その使用方法、作用及び効果は実施例2の検査用シートの場合と同様である。

【0021】

【発明の効果】局部的に塗布可能な検査液を用いる本発明の洗浄評価方法によれば、被処理物の全体を評価対象としないですむため、洗浄された被処理物の特定部位に洗浄剤が残留しているか否かを評価できる。従って、必要な部位に洗浄剤が残留しておらず合格判定となる被処理物を、不必要な部位に洗浄剤が残留していたために不合格にし再度洗浄したり、誤って不合格品とされたストックを多量に抱えるという不経済さを排除できる。

6

【0022】また、本発明の評価方法は、検査液を塗布した直後に検査液の変色の有無を確認するだけであるから、極めて迅速に評価でき、分析機器も不要である。このように簡便な方法は、サンプリングにて取り出した被処理物に限らず量産ラインにてコンベアで搬送中の被処理物に対しても実施できるため、洗浄された被処理物を最終製品へと処理する効率を高めることになる。

【図面の簡単な説明】

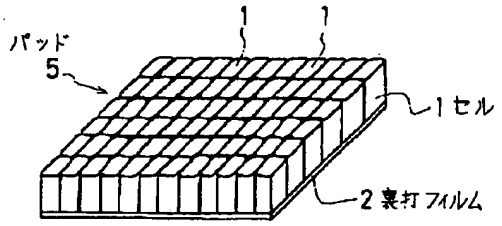
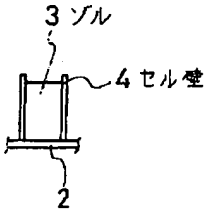
【図1】本発明の一実施例で使用される検査用パッドを示す斜視図である。

【図2】上記パッドの部分拡大断面図である。

【符号の説明】

1　セル
2　裏打フィルム
3　ゾル
4　セル壁
5　検査用パッド

【図1】



【図2】